1/5

特許協力条約に基づく国際出願願書

#### 原本(出願用)

0	受理官庁記入欄	
0-1	国際出願番号	
0-2	国際出願日	
0-3	(受付印)	
G-4	様式-PCT/RO/101 この特許協力条約に基づく国際出願願書 は、	
<sup>'</sup> 0-4-1	右記によって作成された。	PCT-SAFE [EASY mode] Version 3.50 (Build 0002.153)
0-5	申立て	
	出願人は、この国際出願が特許協力条約 に従って処理されることを請求する。	
0-6	出願人によって指定された受理官庁	日本国特許庁(RO/JP)
0-7	出願人又は代理人の書類記号	IP040204T
I	発明の名称	耐食金属製熱式質量流量センサとこれを用いた流体供 給機器
II	出願人	
II-1	この欄に記載した者は	出願人である(applicant only)
II-2	右の指定国についての出願人である。	米国を除く全ての指定国 (all designated States except US)
II-4ja	名称	株式会社フジキン
II-4en	Name:	FUJIKIN INCORPORATED
II-5ja	あて名	5500012
II-5en	Address:	日本国 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 3-2, Itachibori 2-chome, Nishi-ku Osaka-shi
		Osaka 5500012 Japan
II-6	国籍(国名)	日本国 JP
II-7	住所(国名)	日本国 JP
II-8	電話番号	日本国
II-9	ファクシミリ番号	
11 9	ンノノマンがっ	81-06-6612-8541

1 - K

#### 2/5

#### 原本(出願用)

III-1	その他の出願人又は発明者	
III-1 III-1-1	この欄に記載した者は	
		出願人及び発明者である(applicant and inventor)
	右の指定国についての出願人である。	米国のみ (US only)
III-1-4ja	氏名(姓名)	池田 信一
III-1-4en	Name (LAST, First):	IKEDA. Nobukazu
III-1-5ja	あて名	5500012
	•	日本国 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フ ジキン内
III−1−5en	Address:	c/o Fujikin Incorporated 3-2, Itachibori 2-chome, Nishi-ku Osaka-shi Osaka 5500012 Japan
III-1-6	国籍(国名)	日本国 JP
III-1-7	住所(国名)	日本国 JP
III-2	その他の出願人又は発明者	
III-2-1	この欄に記載した者は	出願人及び発明者である(applicant and inventor)
111-2-2	右の指定国についての出願人である。	
	はなる。	米国のみ (US only)
	氏名(姓名)	米国のみ (US only) 平田 薫
III-2-4ja	1	平田 薫
III-2-4ja	氏名(姓名) Name (LAST, First):	平田 薫 HIRATA, Kaoru
III-2-4ja III-2-4en III-2-5ja	氏名(姓名) Name (LAST, First): あて名	平田 薫
III-2-4ja III-2-4en	氏名(姓名) Name (LAST, First): あて名	平田 薫 HIRATA, Kaoru 5500012 日本国 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フ ジキン内 c/o Fujikin Incorporated 3-2, Itachibori 2-chome, Nishi-ku Osaka-shi Osaka 5500012
III-2-4ja III-2-4en III-2-5ja III-2-5en	氏名(姓名) Name (LAST, First): あて名	平田 薫 HIRATA, Kaoru 5500012 日本国 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フジキン内 c/o Fujikin Incorporated 3-2, Itachibori 2-chome, Nishi-ku Osaka-shi Osaka 5500012 Japan
III-2-4ja III-2-4en III-2-5ja III-2-5en	氏名(姓名) Name (LAST, First): あて名 Address:	平田 薫 HIRATA, Kaoru 5500012 日本国 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フ ジキン内 c/o Fujikin Incorporated 3-2, Itachibori 2-chome, Nishi-ku Osaka-shi Osaka 5500012

#### 特許協力条約に基づく国際出願願書

#### 3/5

#### 原本(出願用)

III-3	
III-3-2  右の指定国についての出願人である。   K名(姓名)   大名(姓名)   大名(姓名)   大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式・ジキン内   大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号   株式・ジャン内   大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番3号   大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番3号   大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番3号   大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番3号   大阪府大阪市西区立市・大阪府大阪市西区立市・大阪府大阪市西区立市・大阪府大阪市西区立市・大阪府・大阪府・大阪府・大阪府・大阪府・大阪府・大阪府・大阪府・大阪府・大阪府	
Ka(姓名)   西野 功二   Name (LAST, First): NISHINO, Kouji   5500012   日本国   大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式ジキン内   C/o Fujikin Incorporated 3-2, Itachibori 2-chome, Nishi-ku Osaka-shi Osaka   5500012	会社フ
Name (LAST, First): NISHINO, Kouji 5500012 日本国 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式ジキン内 c/o Fujikin Incorporated 3-2, Itachibori 2-chome, Nishi-ku Osaka-shi Osaka 5500012	会社フ
NISHINO, Kouji 5500012 日本国 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式ジキン内 c/o Fujikin Incorporated 3-2, Itachibori 2-chome, Nishi-ku Osaka-shi Osaka 5500012	会社フ
5500012 日本国 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式 ジキン内 c/o Fujikin Incorporated 3-2, Itachibori 2-chome, Nishi-ku Osaka-shi Osaka 5500012	会社フ
日本国 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式 ジキン内 c/o Fujikin Incorporated 3-2, Itachibori 2-chome, Nishi-ku Osaka-shi Osaka 5500012	会社フ
2-chome, Nishi-ku Osaka-shi Osaka 5500012	
Japan	
III-3-6 国籍(国名) 日本国 JP	
III-3-7 住所(国名). <b>日本国 JP</b>	
III-4 その他の出願人又は発明者	
Ⅲ-4-1 □ Cの欄に記載した者は 出願人及び発明者である(applicant and inve	ntor)
III-4-2 右の指定国についての出願人である。 米国のみ(US only)	,,,,,
L	
III-4-4en Name (LAST, First): DOHI, Ryousuke	
III-4-5ja あて名 5500012	
日本国 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式ジキン内	会社フ
c/o Fujikin Incorporated 3-2, Itachibori 2-chome, Nishi-ku Osaka-shi Osaka 5500012 Japan	
II -4-6    国籍(国名)   日本国 JP	
III-4-7   住所(国名)   日本国 JP	

#### 特許協力条約に基づく国際出願願書

#### 原本(出願用)

IV-1	代理人又は共通の代表者、通知のあて名		
	下記の者は国際機関において右記のごとく出願人のために行動する。	代理人 (agent)	
IV-1-1 ja	氏名(姓名)	杉本 丈夫	
IV-1-1en	Name (LAST, First):	SUGIMOTO, Takeo	
IV-1-2ja	あて名	5410041	
		日本国	
		大阪府大阪市中央区北浜2	丁目1番21号 北浜カタ
		ノビル	
IV-1-2en	Address:	Kitahama-Katano Bldg., 1	-21, Kitahama 2-chome,
		Chuo-ku Osaka-shi Osaka	
		5410041	
IV-1-3	電話番号	Japan	
		81-06-6201-5508	
IV-1-4	ファクシミリ番号	81-06-6201-5509	
	電子メール	tspat@skyblue. ocn. ne. jp	·
V V-1	国の指定		
V-1	この願書を用いてされた国際出願は、規則 4.9(a)に基づき、国際出願の時点で拘束さ		
	れる全てのPCT締約国を指定し、取得しうる あらゆる種類の保護を求め、及び該当する		
	場合には広域と国内特許の両方を求める 国際出願となる。		
<u>Vī−1</u>	先の国内出願に基づく優先権主張	****	
VI-1-1	出額日	2003年 04月 16日 (16.04.	2003)
VI-1-2	出願番号	2003-112090	,
VI-1-3	国名	日本国 JP	
VI-2	優先権証明書送付の請求		
	上記の先の出願のうち、右記の番号のもの	VI-1	
	については、出願書類の認証謄本を作成 し国際事務局へ送付することを、受理官庁	4   1	
VII-1	に対して請求している。		
	特定された国際調査機関(ISA)	日本国特許庁(ISA/JP)	
VIII VIII-1	申立て 発明者の特定に関する申立て	申立て数	
VIII-2		_	
VIII-Z	出願し及び特許を与えられる国際出願日に おける出願人の資格に関する申立て	_	
VIII-3	先の出願の優先権を主張する国際出願日 における出願人の資格に関する申立て	-	
VIII-4	発明者である旨の申立て(米国を指定国と する場合)	_	
VIII-5	不利にならない開示又は新規性喪失の例 外に関する申立て	-	
IX	照合欄	用紙の枚数	添付された電子データ
IX-1		5	
	明細書	12	<u> </u>
	請求の範囲	1	
IX-4	要約	1	✓
IX-5	図面	14	<del>-</del>
IX-7	合計	33	

特許協力条約に基づく国際出願願書

5/5

### 原本(出願用)

	添付書類	添付	添付された電子データ
	手数料計算用紙	<b>√</b> -	
,	PCT-SAFE 電子出願	-	
	その他:	納付する手数料に相当す る特許印紙を貼付した書 面	
	その他:	国際事務局の口座への振込みを証明する書面	
	要約者とともに提示する図の番号	2	
)	国際出願の使用言語名	日本語	
	出願人、代理人又は代表者の記名押印		
		Was and the same of the same o	
	名称	杉本、丈夫(藍派)	
:	署名者の氏名 権限	EATING THE PROPERTY OF THE PRO	

#### 受理官庁記入欄

10-1	国際出願として提出された書類の実際の受理の日	
10-2	図面	
10-2-1	受理された	
10-2-2	不足図面がある	
10-3	国際出願として提出された書類を補完する 書類又は図面であってその後期間内に提 出されたものの実際の受理の日(訂正日)	
10-4	特許協力条約第11条(2)に基づく必要な補 完の期間内の受理の日	
10-5	出願人により特定された国際調査機関	ISA/JP
10-6	調査手数料未払いにつき、国際調査機関 に調査用写しを送付していない	

#### 国際事務局記入欄

11-1	記録原本の受理の日	

#### 明 細 書

耐食金属製熱式質量流量センサとこれを用いた流体供給機器

#### 技術分野

5

本発明は、半導体製造装置のガス供給ライン等における質量流量の検出に主として用いられるものであり、センサ部の接ガス面を全てステンレス鋼(SUS316L)等の耐食性を有する金属材により形成し、腐食性の強い流体に対しても優れた耐食性を具備すると共に、パーティクルフリー及びリークフリーの達成を可能とした耐食金属製熱式質量流量センサとこれを用いた流体供給機器に関するものである。

#### 10 背景技術

従前から化学分析装置等の技術分野に於いては、流体の質量流量測定用として、 キャピラリ型熱式質量流量センサやマイクロマシン技術によるシリコン製超小型 熱式質量流量センサが多く利用されている。

ところで、前者のキャピラリ型熱式質量流量センサは、その構造からしてセン 15 サの接ガス面をステンレス鋼で形成することが出来るため、被測定流体に対する 耐食性を容易に高めることが出来ると云う特徴を有している。

しかし、このキャピラリ型熱式質量流量センサは、キャピラリチューブを加熱 するために加熱ヒータ用抵抗線の巻き付けを必要とする。そのため、個々の製品 センサ間に特性上のバラツキが生じやすいと云う問題がある。

20 また、キャピラリチューブやヒータ用抵抗線の熱容量が比較的大きいため、質量流量センサの応答速度が低いと云う問題もある。

一方、近年所謂マイクロマシン技術の発展に伴って、後者のシリコン製超小型 熱式質量流量センサの開発並びに利用が拡大して来ており、化学関係分野のみな らず、自動車等の機械工業の分野に於いても広く利用に供されている。何故なら、

25 このシリコン製超小型熱式質量流量センサは、一括処理により製造が可能なこと から個々の製品センサ間の特性上のバラツキが少ないだけでなく、小型化によって熱容量が小さくなっていて、センサとしての応答速度が極めて高いという優れ た特徴を有しているからである。

しかし、当該シリコン製超小型熱式質量流量センサにも解決すべき多くの問題

点が残されており、その中でも特に解決を急がれる問題は耐食性の点である。即ち、このシリコン製超小型熱式質量流量センサでは、接ガス面の構成材としてシリコンを使用しているため、ハロゲン系等の流体によって容易に腐食されると云う基本的な難点が存在する。

5 また、この質量流量センサでは、シール材としてエポキシ樹脂やOリング等の 有機材が用いられているため、パーティクルの放出や外部リークの発生が避けら れず、その結果、半導体製造装置のガス供給ライン等へは適用することが出来な いと云う問題がある。

一方、上記シリコン製超小型熱式質量流量センサの有する問題点を解決するた 10 め、これ迄にも様々な技術が開発されている。

例えば特開 2001-141540 号や特開 2001-141541 号等では、図 18 に示すようにシリコン基板 A からなるフレーム D の上面に形成した膜 E の 最外層に防温層  $E_6$  を設け、これによって膜 E の安全性を高めるようにしている。尚、図 16 に於いて、 $E_1$  ~  $E_3$  は膜 E を形成する酸化ケイ素層、 $E_4$  は窒化ケイ素層、 $E_5$  は白金属、 $E_5$  は白金属、 $E_5$  に  $E_5$  は白金属、 $E_5$  に  $E_5$ 

「特許文献1]

15

25

特開2001-14150号公報

[特許文献2]

特開2001-141541号公報

#### 20 発明が解決しようとする課題

ところで、上記図18に示すシリコン製超小型熱式質量流量センサに於いては、フレームDの下面側に窒化ケイ素 $S_4$ を設けたり、或いは、膜Eの窒化ケイ素層から成る防温層 $E_6$ を設けることにより耐水性や防湿性を高めるようにはしているが、フレームDそのものをシリコン基板Aにより形成しているため、前記腐食等の問題に対して、基本的な解決を与えるには至っていない。

本願発明は、従前の質量流量センサに於ける上述の如き問題、即ち①キャピラリ型熱式質量流量センサでは、製品間の特性上のバラツキが生じ易いうえ、応答速度が低いこと、及び②シリコン製超小型熱式質量流量センサでは、耐食性に欠けるうえパーティクルの発生や外部リークの発生が避けられないこと、等の問題

を解決せんとするものであり、マイクロマシン技術を用いて超小型で均一的な品質の製品を製造することが出来、しかも耐食性に優れ、高応答速度やパーティクルフリー、外部リークレスを可能にした耐食金属製熱式質量流量センサとこれを用いた流体供給機器を提供することを発明の主たる目的とするものである。

#### 5 発明の開示

10

15

20

本願発明者等は、マイクロマシン技術を活用してステンレス鋼等の耐食性金属 基板の上に、質量流量センサに必要な2個の測温抵抗や加熱用ヒータ、各素子間 を連結するリード線等を薄膜体により形成することにより、質量流量センサの製 品間の品質のバラツキを防止すると共に耐食性や応答性を高め、更にパーティク ルフリーと外部リークレスの達成を図ることを着想し、当該着想に基づいて質量 流量センサの試作とその作動試験を重ねて来た。

本願発明は、上記着想と各種の試験結果をベースにして創作されたものであり、 請求項1の発明は、耐食性金属基板2及び当該耐食性金属基板2の接流体表面の 裏面側に設けた温度センサ3と加熱用ヒータ4とを形成する薄膜Fから成るセン サ部1を備えたことを発明の基本構成とするものである。

請求項2の発明は、請求項1の発明に於いて、センサ部1を備えたセンサベース13と、流体を流入させる流体流入口と流体を流出させる流体流出口と、流体流入口と流体流出口との間を連通する流体通路とを備えたボディ21を接続し、気密を保つ為に用いる金属ガスケット27に対し、その真上の部材の剛性を相対的に高くすることにより、当該金属ガスケット27の締め付けによる当該センサ部1への歪みを抑えるようにしたものである。

請求項3の発明は、請求項1又は請求項2の発明に於いて、耐食性金属基板2 を $150\mu$  m以下の厚さに形成するようにしたものである。

請求項4の発明は、請求項1又は請求項3の発明に於いて、気密性を保つ為に 25 設けられたセンサ部1を備えたセンサベース13と、耐食性金属基板2とを、溶 接により気密状に固着するようにしたものである。

請求項5の発明は、請求項1、請求項2、請求項3又は請求項4の発明に於いて、薄膜Fを、耐食性金属基板2の接流体表面の裏面に形成した絶縁膜5と、その上方に形成した温度センサ3及び加熱用ヒータ4を形成する金属膜Mと、絶縁

膜5及び金属膜Mを覆う保護膜6とから構成するようにしたものである。

請求項6の発明は、請求項1から請求項5の何れかに記載の耐食金属製熱式質量流量センサを流体制御機器に搭載し、流体制御時に流量の確認が適宜行えるようにしたものである。

本願発明では、従前のシリコン製超小型熱式質量流量センサの場合と同様に、マイクロマシン技術を活用して質量流量センサを製造するため、製品間の品質上のバラツキを極めて小さなものにすることが出来る。また、センサ基板である耐食性金属基板(例えばSUS 3 1 6 L製基板)を電解エッチングにより30~80μm程度の薄板に加工すると共に、抵抗線等を薄膜化することにより、センサ部の熱容量を極く小さなものにしているため、センサとしての応答速度が大幅に速くなる。

更に、接ガス面を全て耐食性金属で構成すると共に、センサ部とセンサベース との組立を溶接により行い、更にバルブボディ等への取付けをメタルガスケット シールにより行うようにしているため、コロージョンフリーやパーティクルフリ ー、外部リークフリーの達成が可能となる。

#### 図面の簡単な説明

5

10

15

25

図1は、本発明に依る耐食金属製熱式質量流量センサのセンサ部の平面概要図である。

図2は、図1のA-A断面概要図である。

20 図3は、本発明に依る耐食金属製熱式質量流量センサの作動原理の説明図である。

図4は、センサ部の製造工程の説明図であり、(a)はSUS316Lウエハの準備工程、(b)は絶縁膜5の形成工程、(c)はCr/Pt/Cr膜(金属膜M)の形成工程、(d)は保護膜6の形成工程、(e)は電極挿入孔7の形成工程、(f)はSUS316Lウエハの裏面エッチング工程、(g)はセンサ部1の切り離しエッチング工程を夫々ものである。

図5は、耐食金属製熱式質量流量センサの一例を示す断面概要図である。

図6は、センサ部の製法に用いるフォトマスクパターンを示すものであり、前 マスクパターンを重ね合わせた状態を示すものである。 図7は、センサ部の製法に用いるフォトマスクパターンを示すものであり、図 4の(c)の工程で使用するものを示すものである。

図8は、センサ部の製法に用いるフォトマスクパターンを示すものであり、図4の(e)の工程で使用するものを示すものである。

5 図9は、センサ部の製法に用いるフォトマスクパターンを示すものであり、図 4の(f)の工程で使用するものを示すものである。

図10は、SUS316L製基板に電解エッチングを施した場合の表面粗さを示す図である。

図11は、図7の電解エッチング部Qの部分拡大図である。

10 図12は、本発明に依る質量流量センサの信号検出用回路図である。

図13は、本発明に依るセンサ部の諸特性を示す線図であり、(a)は加熱用ヒータ温度を測温抵抗の抵抗値の関係、(b)は加熱用ヒータ電流と測温抵抗の抵抗値の関係、(c)はガス流量とセンサ出力の関係を夫々示すものである。

図14は、本発明に係る質量流量センサの流量応答特性の一例を示す線図であ 15 る。

図15は、本発明に依る質量流量センサの組付図の一例を示す断面図である。

図16は、本発明に依る質量流量センサの組付図の他の例を示す断面図である。

図17は、本発明に係る質量流量センサの組付図の更に他の例を示す断面図である。

20 図18は、従前のシリコン製超小型熱式質量流量センサの概要を示す断面図である。

#### 符号の説明

Sは耐食金属製熱式質量流量センサ、Fは薄膜、Mは金属膜、Wは耐食性金属材料、Gは被測定ガス、1はセンサ部、2は耐食性金属基板、3は温度センサ、

25 3 a・3 bは測温抵抗、4 は加熱用ヒータ、5 は絶縁膜、6 は保護膜、7 は電極 挿入孔、8 組み合せに依るフォトマスクパターン、9 は測温抵抗及び加熱ヒータ の形成用のフォトマスクパターン、1 0 はリード孔形成用フォトマスクパターン、1 1 は裏面側エッチング用のフォトマスクパターン (レジストパターン)、1 1 a は溝部、1 1 b は薄肉基板部、1 2 a・1 2 b はネガ型レジスト、1 3 はセンサ

ベース、13aは取付け溝、14はヒーター駆動回路、15はオフセット調整回路(粗調整用)、16はオフセット調整回路(微調整用)、17は測温抵抗のゲイン調整回路、18は差動増幅回路、19は出力端子、20は接手部、21はボディ、22はセンサベース押え、23は配線用基板押え、24配線用基板、25・26はガイドピン、27は金属ガスケット、28はゴムシート、29はリードピン、30はリード線(金線)、31はボディ、32は圧力検出器、33はコントロール弁、34は圧電型弁駆動装置、35はオリフィス、36はフィルタである。発明を実施するための最良の形態

以下、図面に基づいて本発明の実施形態を説明する。

5

15

20

25

10 図1は、本発明に係る耐食金属製熱式質量流量センサの要部であるセンサ部1 の平面概要図であり、図2は図1のA-A視断面概要図である。

当該センサ部1は、薄い耐熱性金属基板2と、基板2の上面に形成した絶縁膜5と、絶縁膜5の上面に形成した温度センサ3及び加熱用ヒータ4と、温度センサ3及びヒータ4等の上面に形成した保護膜6とから形成されている。即ち、厚さ120~180 $\mu$ mの耐食性金属材料Wのセンサ部1を形成する部分(耐熱性金属基板2)は、材料Wの裏面側の一部を電界エッチング加工によって除去することにより、後述するように厚さ約30~80 $\mu$ mの薄板に形成されている。

また、絶縁膜5と、温度センサ3や加熱用ヒータ4や導電用リード部分(図示 省略)を形成する金属膜Mと、保護膜6とから、耐熱性金属基板2の上面側に薄 膜Fが形成されている。

更に、前記保護膜6には、適宣の寸法を有する電極挿入孔7がエッチング加工 により形成されている。

而して、被測定ガスGはセンサ部1の裏面側を耐食性金属基板2に沿って矢印方向に流れる。この時耐食性金属基板2には、ガスGの有する熱量の一部が与えられることになり、その結果、耐熱製金属基板2の温度分布Ttは、図3に示すように、ガスGの流れていないときの温度分布Toから温度分布Ttのように変化する。

上記のように、ガスGが流れることにより生じた耐食性金属基板2の温度分布の変化は、温度センサ3を形成する各測温抵抗3a、3bの抵抗値の変化を介し

て測温抵抗3a、3bの両端の電圧値の変化として現れ、この電圧値の変化を差動出力として検出することにより、ガスGの質量流量を検出することが出来る。

尚、上述の如き熱式質量流量センサの動作原理は、公知のシリコン製熱式質量 流量センサの場合と同一であるため、ここではその詳細な説明を省略する。

図1及び図2を参照して、前記センサ部1を形成する耐食性金属材料Wは、厚さが約150 $\mu$ m以下の薄板状の耐食性を有する金属板が最適であり、本実施形態に於いては、厚さ150 $\mu$ mのステンレス鋼薄板(SUS316L)が使用されている。

5

15

20

25

当該耐食性金属材料Wのセンサ部1を形成する部分、即ち耐食性金属基板2(同 10 1の点線の枠内)は、後述する電界エッチング加工によって更に薄くされており、 実質的には約30~60 $\mu$ mの厚さに形成されている。

前記絶縁膜 5 は、後述するように所謂 C V D 法により形成された厚さ  $1.2\mu$  m  $\sim 1.8\mu$  m の酸化皮膜であって、本実施形態に於いては C V D (Chemical Vapor Deposition) 法により形成した厚さ  $1.5\mu$  m の S i O  $_2$  膜が絶縁膜 5 として用いられている。

前記保護膜 6 は測温抵抗 3 や加熱用ヒータ 4 等の上方を覆う膜体であり、本実施形態では CVD 法により形成した厚さ 0 .  $4\sim0$  .  $7\mu$  mの S i  $O_2$  皮膜が用いられている。

また、当該保護膜6には、プラズマエッチング法により敵宣の形状の電極挿入 孔7が設けられており、当該電極挿入孔7を通して電極棒等の引出しが行われて いる。

尚、センサ部 1 を形成する耐食性金属基板 2 の裏面側は、後述するように耐食性金属材料Wに電界エッチングを施すことにより厚さ 3 0  $\sim$  8 0  $\mu$   $\mu$  mに仕上げられている。

また、センサ部1は、最終的に所謂貫通エッチング加工によって耐食性金属材

料Wから切り離され、この切り離されたセンサ部1が、後述するように別途に形成した耐食金属製の流量センサベース13ヘレーザ溶接等により気密状に固定されることにより、本発明に依る耐食金属製熱式質量流量センサSが構成される。

次に、前記センサ部1の製作加工工程を説明する。

10

25

5 図4は、本発明で使用するセンサ部1の製造工程の説明図である。

先ず、耐食性金属剤利用Wとして適宣の形状寸法、例えば直径 $70\,\mathrm{mm}\,\phi\sim1$   $50\,\mathrm{mm}\,\phi$ 、厚さ $130\sim180\,\mu\,\mathrm{m}$ のステンレス鋼薄板(SUS $316\,\mathrm{L}$ )を準備する(図4 (a))。尚、耐食性金属材料Wとしては、ステンレス鋼薄板以外の金属薄板(例えば $\mathrm{C}\,\mathrm{r}-\mathrm{N}\,\mathrm{i}$  合金から成る不銹鋼板)でも良いことは勿論である。

次に、前記準備したステンレス鋼薄板(以下、SUS316Lウエハと呼ぶ)の外裏面に、TEOS(Tetra-Ethoxy-Silaue)を用いるプラズマCVD装置(Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition Device)により厚さ約1.  $5\mu$ mのSiO<sub>2</sub> 膜(絶縁膜) 5を形成する(図4(b))。

15 その後、前記SiO<sub>2</sub>膜5の上に、電子ビーム加熱型蒸着装置と図7に示したフォトマスクパターン9を用いて、Cr/Pt/Cr膜(厚さ10/100/10μm)から成る測温抵抗3a、3b及び加熱用ヒータ4等のパターンを金属膜Mにより形成する(図4(c))。尚、図6はフォトマスクパターン9と、後述する電極挿入孔7の形成用フォトマスクパターン10とを組み合わせた状態のフォ 20 トマスクパターン8を示すものである。

その後、前記図4 (c)の工程で形成した温度センサ3を形成する測温抵抗3 a、3 b 及び加熱用ヒータ4の上に、前記TEOSを用いるプラズマCVD装置により、厚さ約0.5  $\mu$  mのSiO<sub>2</sub>膜(保護膜)6を形成する(図4(d))。

引き続き、 $CF_4$ ガスを用いるプラズマエッチング装置により、図8に示した電極挿入孔の形成用フォトマスクパターン10を用いて、前記保護膜6に測温抵抗3や加熱用ヒータ4用の口径200 $\mu$  mの電極取り出し用の孔(電極挿入孔7)を穿設する。(図4(e))。

尚、SUS316L材やCrは $CF_4$ ガスによるプラズマに対して高い耐性を有しているため、 $SiO_2$ 膜6のエッチングが完了すれば進行中のエッチングが

自動的にストップするため、所謂オーバーエッチングに至る危険性は全く無い。 耐食性金属材料W(SUS316Lウエハ)の上面の上記各工程が完了すれば、 その裏面側に図9に示すフォトマスクパターン11を用いてレジストパターンを 形成し、電界エッチングを施すことにより、厚みが約50 $\mu$ m程度になるまで材料Wの裏面側にエッチング加工を施す(図4(f))。

5

尚、図4(f)に於ける11 a の部分は、センサ部1を材料Wから切り離しするための溝部であり、11 b はエッチング加工により薄肉にされた薄肉基板部である。

最後に、前記各膜を形成した耐食性金属基板2の裏面側と裏面側の薄肉基板部 10 11 b へネガ型レジスト12 a (スピンコート法)及びネガ型レジスト12 b (ディップコート法)を塗布し、その後塩化第2鉄溶液( $FeCl_3 \cdot 40wt\%$ )でもってエッチング処理することにより、溝部11 a の薄肉基板部(厚さ約50  $\mu$  m) 11 b を円形に貫通させ、センサ部1を材料Wから切り離す。

尚、材料Wから切り離した円形のセンサ部1は、レジスト12a、12bを除 15 去したあと、図5に示すような形状に形成されたセンサベース13の取付溝13 a内へ嵌合され、外周縁部をレーザ溶接することによりセンサベース13へ写密 状に溶接固定される。これにより、本発明による耐食金属製熱式質量流量センサ Sが構成されることになる。

前記図4 (f) に示したエッチング工程では、電解液として硫酸液とメチルア 20 ルコールの混合液を使用し、フォトレジストをマスク材として用いて、材料Wの 裏面側の所定箇所をエッチングするようにしている。

前記SUS316L製基板2の電解エッチングを施した後の裏面粗さは、図10に示す如くRaO.1 $\mu$ m以下の範囲となっており、局所的なオーバーエッチングは見られない。

25 即ち、半導体プロセスのガス配管系では、接ガス部をパーティクルフリーやコロージョンフリーにする必要があることから、電解エッチング法はSUS316 Lのエッチングに対して、極めて有効な手法であることが判る。

尚、図10のQの部分が前記電解エッチング部を示すものであり、図11は、 図10に於ける電解エッチング部Qの拡大図である。 図12は、前記図5に示した本発明に依る質量流量センサの信号検出用回路を示すものであり、当該信号検出用回路は、センサ部1と、ヒータ駆動回路14、オフセット調整回路(粗調整)15、オフセット調整回路(微調整用)16、測温抵抗のゲイン調整回路17及び差動増幅回路18等から構成されている。尚、図12に於いて、3a、3bは測温抵抗、19は出力端子である。

5

10

15

20

図12を参照して、ヒータ駆動回路14の作動により、センサ部1の加熱が行われ、被測定ガスGの流通により、センサ部1の温度センサ3を形成する上流側測温抵抗3a及び下流側測温抵抗3bの温度変化によって抵抗値が変化すると、その変化が出力電圧の変化としてゲイン調整回路17を経て差動増幅回路18へ入力され、両者の出力差がオペレーションアンプOP07を介して出力端子19へ出力される。

本発明のセンサ部1を形成する耐食性金属基板2は、電解エッチングにより薄膜化されているため、ガスGが流れることにより、そのガス圧によってセンサ部1が歪み、その結果温度センサ3の測温抵抗3a、3bの抵抗値が変化する可能性がある。

そのため、通常の抵抗ブリッジ回路を用いた場合には、センサ部1の出力が歪みの発生によって変化するという問題を生じるが、本発明で用いる信号検出用回路では、オフセット調整回路15により上流側測温抵抗3a及び下流側測温抵抗3bから出力される電圧値の増幅率を夫々独立して調整すると共に、差動増幅回路18への入力値を更にオフセット調整回路16により微調整する構成としているため、ガス圧力の印加により生じた各測温抵抗3a、3bの出力電圧値の変化が、増幅率の調整によって消去されることになる。

その結果、ガス圧力によるセンサ部1の出力変動を完全に抑えることが可能となり、高精度な質量流量の検出が可能となる。

25 図13は、本発明に依る質量流量センサSの特性を示すものであり、図13の (a) は加熱用ヒータ4の温度と抵抗値の関係、図13の(b) は加熱用ヒータ 4の電流値と抵抗値の関係、及びガス流量 (SCCM) と検出出力値 (v) との 関係を夫々示すものである。

尚、図13の諸特性の測定に供したセンサ部1の加熱用ヒータ4の抵抗値は約

また、ガス流量を $0\sim100$  S C C M の範囲で変化させた時のセンサ部1 の出 力値の変化は約1.0 V であった(但し、出力値は0 P アンプにより50 0 倍に 増幅)。

更に、センサ部1の出力値は、後述する図15に示した質量流量センサSのセンサベース13と流体通路との間隙(流路高さ)に依存するため、前記流路高さを調整することにより、流量測定可能範囲を適宜に切換えすることが出来る。

10 図14は、本発明に係る質量流量センサSの流量応答特性の一例を示すものであり、ガス流量を0~100SCCMに設定した場合の特性を示すものである。 尚、図14に於いて、曲線SAは本発明に係る質量流量センサSの流量応答特性であり、横軸の1目盛は500msecである。

又、曲線SFは、従前の圧力式流量制御装置に於ける質量流量センサの同一条 15 件下での流量応答特性を示すものである。

図15は、本発明の質量流量センサSを設けた流体供給機器の一例を示すものであり、質量流量センサSをガス流路に設けた接手部20へ組み付けした状態を示すものである。図15に於いて、21は接手部20のボディ、22はセンサベース押え、23は配線用基板押え、24は配設用基板、25はガイドピン、26はガイドピン、27は金属ガスケット、28はゴムシート、29リードピン、30はリード線(金線)である。

20

尚、前記ガイドピン26・27は、ボディ22内へ質量流量センサSを取り付けする際の位置決めをするためのものであり、センサベース13とボディ21間は金属ガスケット27により気密が保持されている。

25 また、流体入り口21aから流入した流体ガスGは、流通路21b内を流通する間にセンサ部1によってその質量流量が検出され、流体出口21cから外部へ流出して行く。

本発明では、被測定ガスGがSUS316L製の基板2に接触しつつ流通するため、従前のシリコン製基板の場合のようにガスGによって基板2が腐食される

ことは全く無い。

図16は、本発明の質量流量センサSを圧力式流量制御装置の本体部へ組付け した場合を示すものであり、図16に於いて、Sは質量流量センサ、31はボディ、32は圧力検出器、33はコントロール弁、34は圧電型弁駆動装置、35 はオリフィス、36はフィルタである。

図17は、本発明の質量流量センサSの組付け位置を変更したものであり、実質的には図16の場合と略同一である。

尚、圧力式流量制御装置やその本体部の構成は、例えば特許第3291161 号や特開平11-345027号等によって公知であるため、ここではその説明 を省略する。

#### 発明の効果

5

10

本発明に於いては、薄膜形の抵抗式質量流量センサの接ガス部を成す基板2を 耐食金属製とすると共に、測温抵抗3 a、3 b や加熱用ヒータ4をマイクロマシ ン技術を用いて薄膜状に形成する構成としている。

15 その結果、接ガス部の耐食性が向上すると共に、製品特性の均一化と小型化、 熱容量の減少による応答速度の向上、パーティクルフリー等を図ることが出来、 半導体製造装置関係のみならず化学プラント関係での使用に於いても、優れた実 用的効用を有するものである。

#### 請求の範囲

- 1. 耐食性金属基板(2)及び当該耐食性金属基板(2)の接流体表面の裏面側に設けた温度センサ(3)と加熱用ヒータ(4)とを形成する薄膜(F)から成るセンサ部(1)を備えたことを特徴とする耐食金属製熱式質量流量センサ。
- 5 2. センサ部(1)を備えたセンサベース(13)と、流体を流入させる流体流入口と流体を流出させる流体流出口と、流体流入口と流体流出口との間を連通する流体通路とを備えたボディ(21)を接続し、気密を保つ為に用いる金属ガスケット(27)に対し、その真上の部材の剛性を相対的に高くすることにより、当該金属ガスケット(27)の締め付けによる当該センサ部(1)への歪みを抑えるようにした請求項1に記載の耐食金属製熱式質量流量センサ。
  - 3. 耐食性金属基板 (2) を 1 5 0 μ m以下の厚さに形成するようにした請求項 1 又は請求項 2 に記載の耐食金属製熱式質量流量センサ。
  - 4. 気密性を保つ為に設けられたセンサ部 (1) を備えたセンサベース (13) と、耐食性金属基板 (2) とを、溶接により気密状に固着するようにした請求 項1又は請求項3に記載の耐食金属製熱式質量流量センサ。

15

20

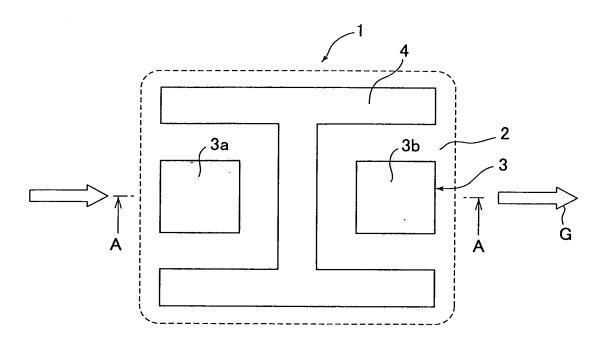
- 5. 薄膜(F)を、耐食性金属基板(2)の接流体表面の裏面に形成した絶縁膜(5)と、その上方に形成した温度センサ(3)及び加熱用ヒータ(4)を形成する金属膜(M)と、絶縁膜(5)及び金属膜(M)を覆う保護膜(6)とから構成するようにした請求項1、請求項2、請求項3又は請求項4に記載の耐食金属製熱式質量流量センサ。
- 6. 請求項1から請求項5の何れかに記載の耐食金属製熱式質量流量センサを流体制御機器に搭載し、流体制御時に流量の確認が適宜行えることを特徴とする 耐食金属製熱式質量流量センサを用いた流体供給機器。

#### 要約書

熱式質量流量センサの耐食性を高めると共に、応答性の向上、パーティクルフリー及び製品品質のバラツキの防止等を可能にした耐食金属製熱式質量流量センサとこれを用いた流体供給機器を提供するものである。

5 具体的には、熱式質量流量センサを、耐食性金属材料Wの裏面側に電解エッチングを施して薄板に形成した耐食性金属基板2及び当該耐食性金属基板2の裏面側に設けた温度センサ3と加熱用ヒータ4を形成する薄膜Fから成るセンサ部1と、取り付け溝13a内へ嵌合した前記センサ部1の耐食性金属基板2の外周縁をレーザ溶接により気密状に固着したセンサベース13とから構成する。

## 図 1



# 図 2

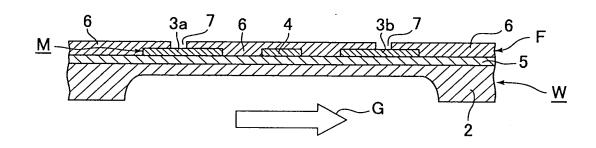
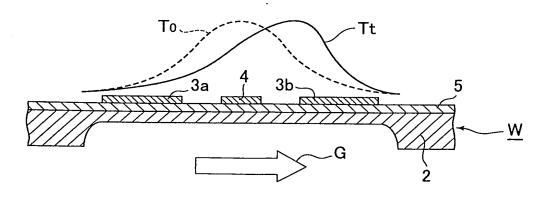


図 3



## 図 4

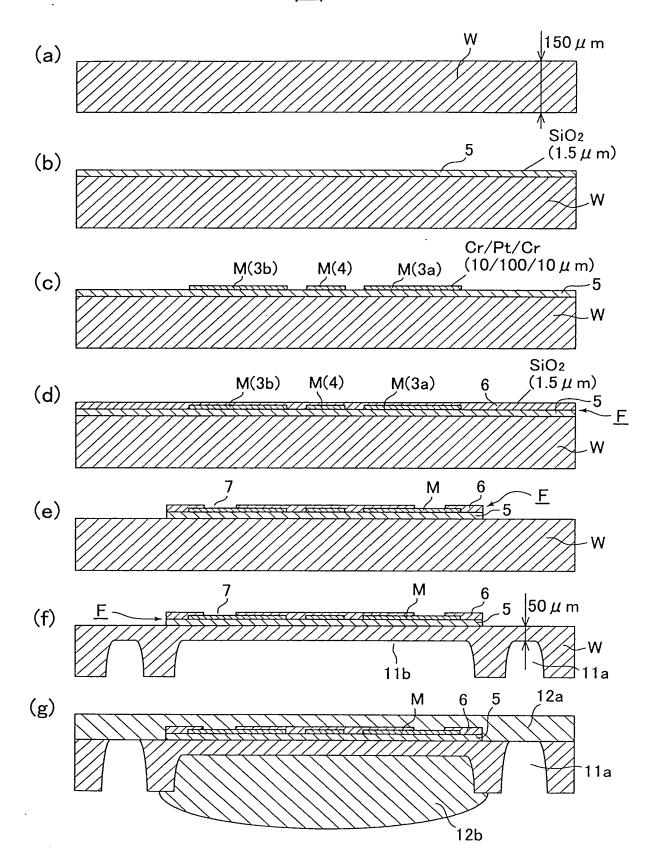


図 5

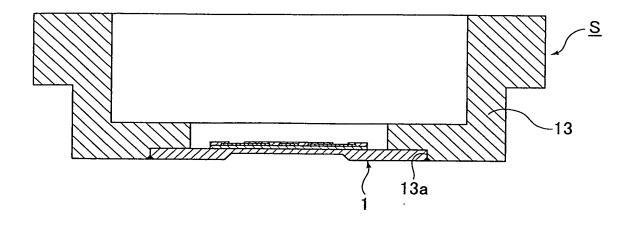
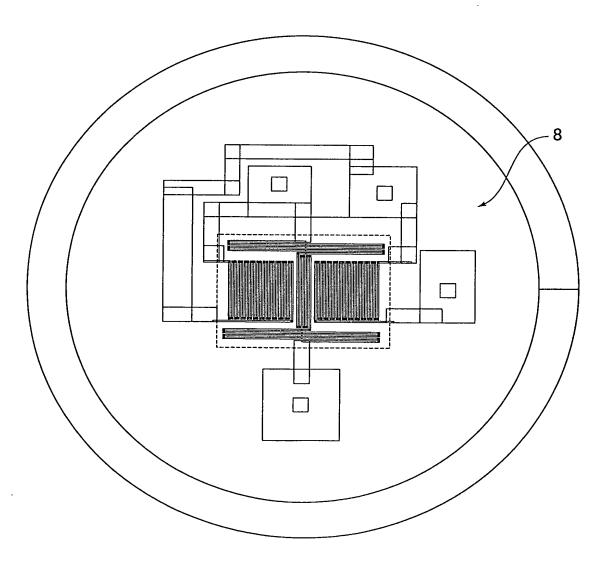
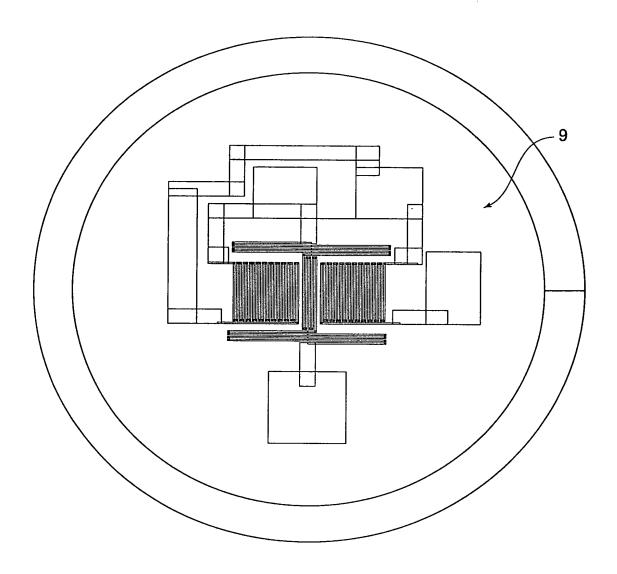


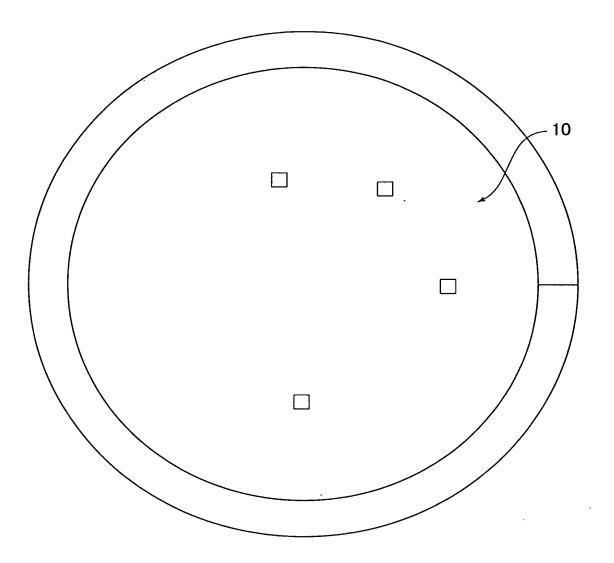
図 6













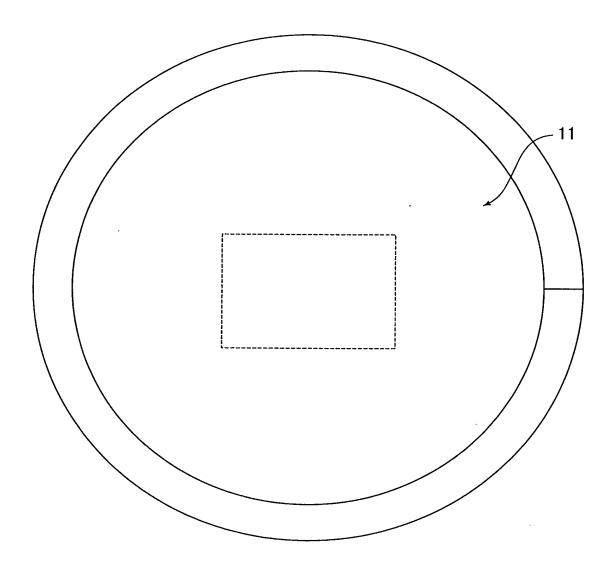


図10

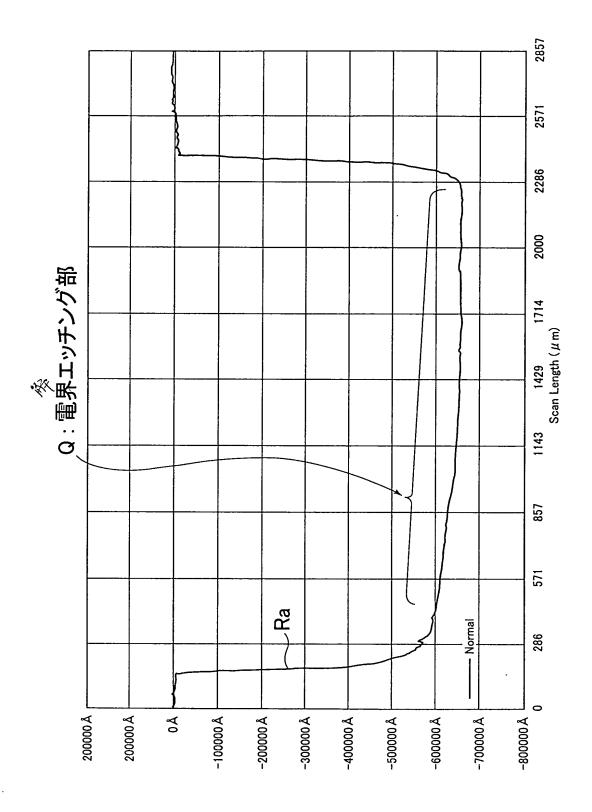


図11

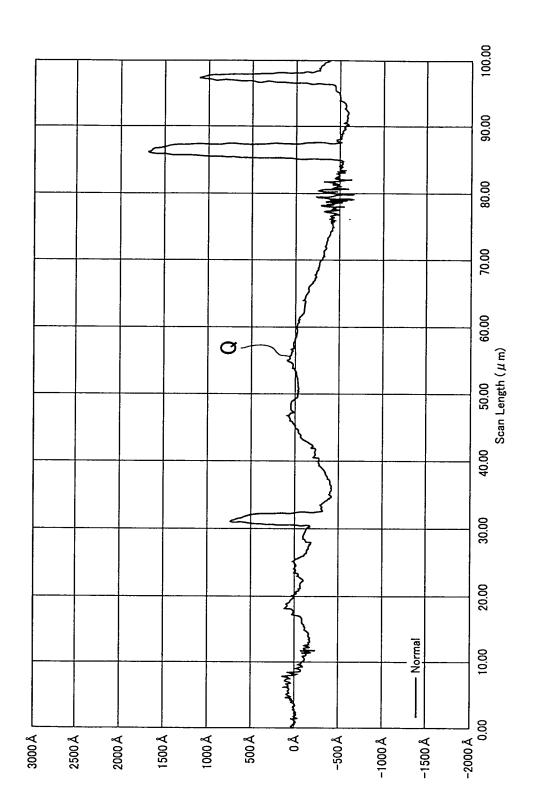


図12

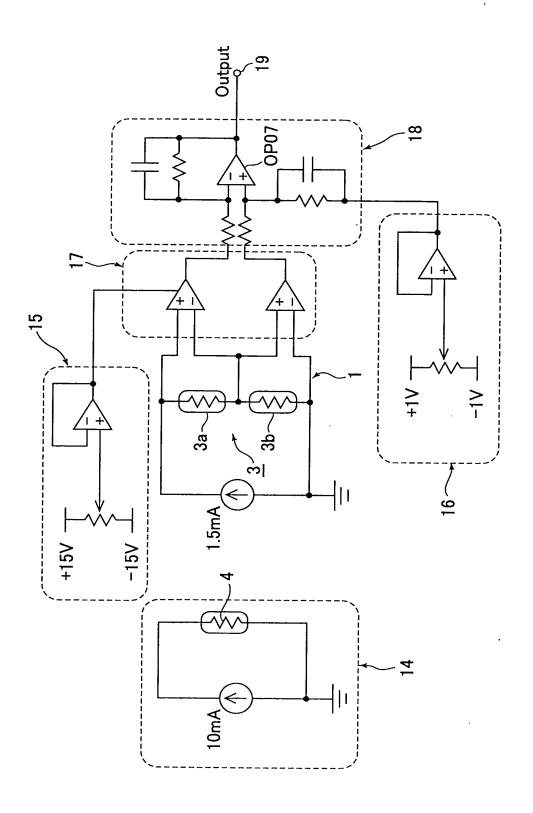
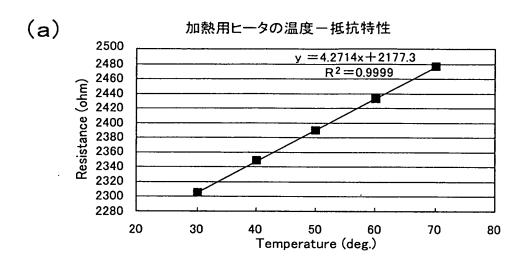
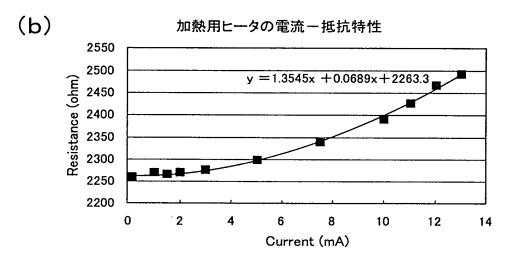


図 1 3





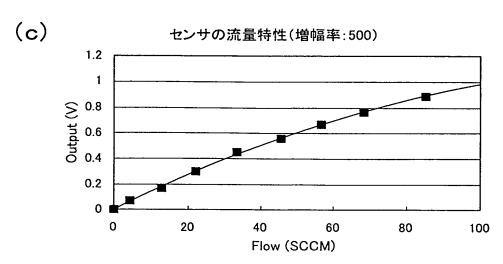


図 1 4

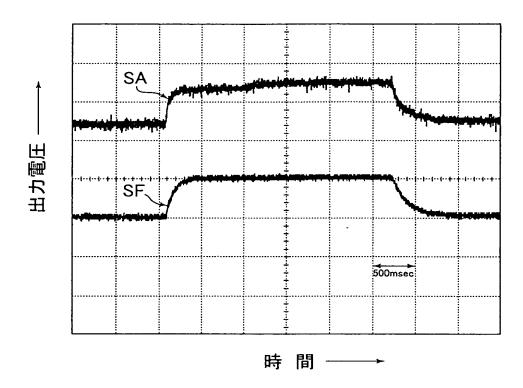


図15

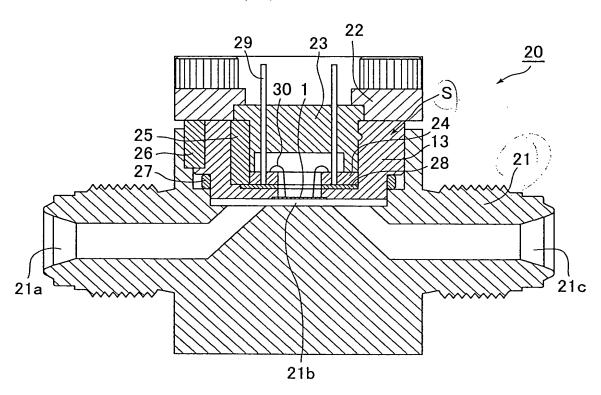


図16

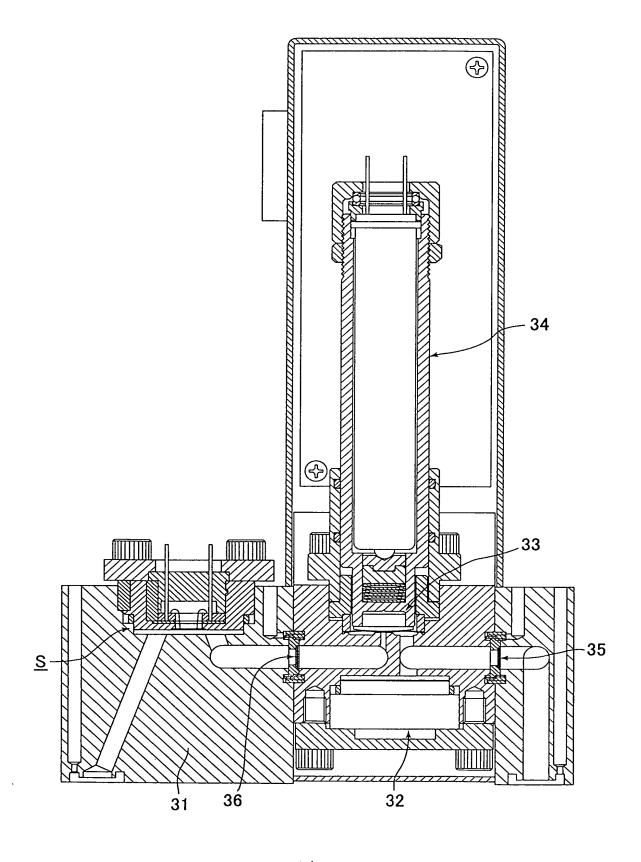


図 1 7

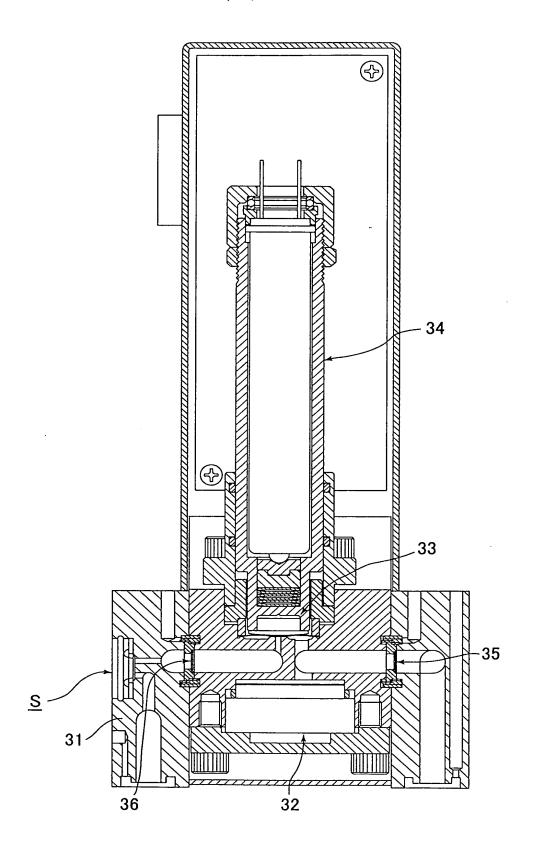


図18

